PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2001-201891

(43) Date of publication of application: 27.07.2001

(51)Int.Cl.

G03G 9/087

G03G 9/08 G03G 15/20

(21)Application number : 2000-012467

(71)Applicant: MITSUBISHI CHEMICALS CORP

(22) Date of filing:

21.01.2000

(72)Inventor: KOIZUMI KATSUO

TAKAHASHI NORIAKI

ANDO OSAMU

(54) MANUFACTURING METHOD OF ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING TONER, AND IMAGE-FORMING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide the manufacturing method of a new electrostatic charge image developing toner which is short in the coating reaction time of resin particulates, and which has high toner yield, few in cohesion coarse grains, little energy losses in the production, low-temperature fixing property and stable on-shelf life (blocking resistance). SOLUTION: In the manufacturing method of the electrostatic charge image developing toner, which forms coating resin on the toner core material containing at least a bonding resin and a coloring agent, the coating resin is formed by mixing the toner core material with the resin particulates being at least of two kinds with different glass transition points and by fixing or fusion-bonding the resin particles on the toner core material in the temperature increased.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

24.10.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration] Searching PAJ Page 2 of 2

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3702736

[Date of registration] 29.07.2005

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]



€ 獓 ধ 盐 华 噩 4 (12)

(18)日本国特許庁 (JP)

特開2001-201891 (11) 格許出歐公開鄉中

(P2001-201891A)

(43)公開日 平成13年7月27日(2001.7.27)

9/087 G 0 3 G 9/08 3 1 1 15/20 1 0 1 1 1 15/20 1 0 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	(51) Int.C.		被 別記号	FI		7-73-1. (***)
311 15/20 101 101 9/08 381 326	G 0 3 G				311	2H005
1 0 1 9/08			311	15/20	101	2H033
325		15/20	101	80/6	381	
					325	

客空間水 未開水 間水項の数10 OL (全 7 頁)

(21) 田田寺寺	特度2000-12467(P2000-12467)	(71) 出題人 (00005968	000005968
日瀬田(22)	平成12年1月21日(2000.1.21)		三部に子体以が出 東京都千代田区九の内二丁目5番2号
		(72)発明者	小泉 助男
			神疾川県俊阪市青紫区島志田町1000番地
			三秦化学株式会社模技能合研究所内
		(72) 発明者	克斯 金田田
			神疾川県樹浜市青葉区鴨志田町1000番地
			三遊化学株式会社樹英館合研究所内
		(74) 代理人	(74)代理人 100103987
			井理士 安全川 克里司
			の一般を表しています。

[54] 【発明の名称】 静電荷倫現像用トナーの製造方法及び国像形成方法

性)を漿ね備えた静電荷像現像用トナーの製造法におい て、樹脂微粒子核環反応の時間が短く、エネルギーロス が少なく、凝集粗粒が少なく、さらにトナー収率の高 い、新規な静電荷像現像用トナーの製造方法を提供す 【雰囲】 低温定着性と保存安定性 (耐ブロッキング

るトナー芯材上に被覆樹脂を設けてなる静電荷像現像用 トナーの製造方法であって、少なくとも2種のガラス転 移温度の異なる樹脂微粒子と、トナー芯材を混合し、遺 度を上昇させながらトナー芯材上に散樹脂粒子を固婚又 は融着させて被覆側脂を散けることをと特徴とする静電 【解決手段】 少なくとも結婚樹脂及び着色剤を含有す 衛像現像用トナーの製造方法。

トナーの製造方法であって、少なくとも2種のガラス転 移温度の異なる樹脂微粒子と、トナー芯材を混合し、温 5トナー芯材上に被覆樹脂を設けてなる静電荷像現像用 度を上昇させながらトナー芯材上に散樹脂粒子を固着又 は融着させて被覆樹脂を設けることを特徴とする静電荷 「請求項1】 少なくとも結婚樹脂及び着色剤を含有す

る樹脂微粒子の平均粒径がいずれもり、04~1μmで あり、ガラス転移温度がいずれも45~110℃の範囲 内である請求項1記載の静電荷像現像用トナーの製造方 【酵水項2】 少なくとも2種のガラス転移温度の異な

像現像用トナーの製造方法。

【酵水項3】 温度を段階的に上昇させながらトナー芯 材に樹脂微粒子を固着又は融着させる顔水項1叉は2配 戦の節電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項4】 温度を連続的に上昇させながらトナー芯 材に樹脂微粒子を固着又は融着させる欝水項1叉は2配 蚊の静電荷像現像用トナーの製造方法。

[請求項5] トナー芯材に用いられる結婚徴脂のガラ トナーの平均粒子径が4~20μmである、間水項1乃 至4のいずれかに配載の静電荷像現像用トナーの製造方 ス転移温度 (Tgp) が30~55℃のの範囲であり、

潰たすことを特徴とする酢水項1乃至5のいずれかに記 [請求項6] 少なくとも2種のガラス転移温度の異な る樹脂微粒子のうちの1種の樹脂微粒子 (A) のガラス 110℃であり、且つ、[TgA<TgB-20]の関係を 転移温度 (TgA) が45~75℃であり、他の1種の 樹脂微粒子 (B) のガラス転移温度 (TgB) が65~ 載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

ķ

満たすことを特徴とする請求項6に記載の静電荷像現像 【請水項7】 [Tgp<TgA<TgB-20]の関係を 用トナーの製造方法。

の共重合樹脂である請求項1乃至7のいずれかに記載の 【醇水項8】 トナー芯材に用いる結婚樹脂が、スチレ ンと、アクリル酸エステル又はメタクリル酸エステルと 静電荷像現像用トナーの製造方法。

ンと、アクリル酸エステル、アクリル酸、メタクリル酸 三元又は多元共重合樹脂である蘭水項1乃至1のいずれ エステル、メタクリル酸から選ばれる2種以上からなる 【簡求項9】 トナー芯材に用いる結澄樹脂が、スチレ かに記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

00mm/s以上の定着機によって定着を行うことを特 【請求項10】 請求項1乃至9のいずれかに記載の製 造方法で得られたトナーを用い、プロセススピードが1 散とする画像形成方法。

|発明の詳細な説明|

|発明の属する技術分野| 本発明は、電子写真方式の複 🔞 種のガラス転移温度の異なる樹脂微粒子と、トナー芯材

3

写機及びプリンターに用いられる静配荷像現像用トナー

「特許闘水の範囲」

[0002]

静電荷像現像用トナーとしては、より低温で定着できる **結着樹脂のガラス転移温度(以下、Tgと称することが** 夏場には50℃にも及ぶ過酷な条件下に噂されることも 荷像現像用トナーは、概して保存安定性(耐ブロッキン |従来の技術|| 近年、電子写真複写機やプリンターはエ ネルギーコストを低減化するため、これらに使用される トナー結婚樹脂のTg或いは溶融温度を下げるとトナー の保存安定性(耐ブロッキング性)が悪くなり、とくに プロッキング性)には裏腹な関係が成り立ち、トナー結 ものが揺まれている。このような要求に対して、トナー しばしばあるため、場合によってはトナーの形状を保て 【0003】省エネルギーを主眼とした低温定着性静電 **ゲ性)に問題があり、この低温定着性と保存安定性(扇** ず、ブロック状の着色樹脂になってしまうこともある。 ある)哎いは溶勘温度を下げる試みがなされてきたが、 着樹脂の物性によってこの目的を達成しようとする場 =

合、低温定熔性を付与すると保存安定性 (耐プロッキン 形成させる方法 (再公表特許WO97/01131) 尊 が提案されているが必ずしも満足できる性能は得られて グ性) が悪くなり、保存安定性 (耐ブロッキング性) を これを回避するために多量の合成エステルワックスをト や懸濁瓜合を利用して低Tgのコアに萬Tgのシェルを 付与すると低温定效性が悪化するという結果になって、 ナー中に含有させる方法(特開平6-162699号) いない。

[0004] これらの性能改良のために、本発明者らは なる2種の樹脂微粒子を、2段階で被覆させる方法を提 れるが、エネルギーロスの低減及び反応時間の短縮をが 鋭意検討を重ね、低Tgの芯トナーの安面に、Tgの異 案した。 (特顯平11-362390号、及び特顯平1 保存安定性 (耐プロッキング性) の良好なトナーが得ら 1 — 3 5 6 8 3 3 号)この方法によれば、低温定着性と 來められていた。

[0005]

[発明が解決しようとする課題] 本発明は、従来用いら を棄ね備えた静電荷像現像用トナーの製造法の欠点を克 服し、樹脂徴粒子被覆反応の時間が短く、エネルギーロ い、新規な静配荷像現像用トナーの製造方法を提供する スが少なく、凝集相粒が少なく、さらにトナー収率の高 れていた低温定着性と保存安定性(耐ブロッキング性) ことを目的とする。

[0000]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題 について鋭意検討した結果、少なくとも結婚樹脂及び着 色剤を含有するトナー芯材上に被覆樹脂を設けてなる醇 **電荷像現像用トナーの製造方法であって、少なくとも2**

粒子を固着又は融着させて被覆樹脂を設けることをと特 を現合し、温度を上昇させながらトナー芯材上に散樹脂 散とする静電荷像現像用トナーの製造方法により前配目 的を達成することを見出した。

としたトナー、或いは高温定着を目的としたトナーのい たもの、更に、結婚樹脂成分モノマーとワックスエマル ックスと着色剤、荷電制御剤などの混合物を凝集成長さ て铅砕したもの或いは液結粉砕したものや、結婚樹脂成 分モノマーと着色剤、荷電制御剤、ワックスなどの現合 げれにも使用することができる。本発明に使用されるト ナー芯材は、少なくとも着色剤及び結婚樹脂から成り立 物を懸濁重合したもの、或いは、結婚樹脂成分モノマー を乳化皿合したラテックスと着色剤、荷電制御剤、ワッ ションを視合乳化させて低合した、ワックス内包化ラテ せ、任意粒子径に成形したもの等が使用できる。トナー 両立することが出来るので、低温定着を目的としたトナ -の製造に有利に利用できるが、一般的定格温度を目的 っている。更に、必要に応じ荷電制御剤、ワックス等を 含むことができる。トナー芯材としてはこれらを現綵し クスなどの現合物を凝集成長させ、任意粒子径に成形し [発明の詳細な説明] 以下、本発明を詳細に説明する。 本発明の製造方法によれば、低温定着性と保存安定性を

具体的な倒としては、カーボンブラック、ニグロシン染 トナー用及ぴつルカラートナー用に通常用いる着色剤が 使用でき、無機顕昇又は有機顧料、有機染料のいずれで も良く、またはこれらの組み合わせでもよい。これらの **ブルー、オイルレッド、フタロシアニングリーン、ハン** ザイエロー、ロータミン系染顔料、キナクリドン、ペン **染料、モノアゾ系、ジスアゾ系、結合アゾ系染顔科等が 挙げられ、これら公知の任意の染顔料を単独あるいは視** [0008] トナー芯材に用いられる着色剤としては風 料、アニリンブルー、クロムイエロー、フタロシアニン シジンイエロー、ロースペンガル、トリアリガメタン発 μ mが好ましく、4~10μ mが更に好ましい。 合して用いることができる。

料、マゼンタはキナクリドン、モノアゾ系染顔科、シア **- はペンジジンイエロー、モノアゾ系、組合アゾ系染取** ンはフタロシアニンブルーをそれぞれ用いるのが好まし い。 春色剤の使用量は、通常、結婚樹脂100重量部に 対して1~20瓜豊都となるように用いられる。トナー 芯材に用いられる結婚樹脂としては、通常トナーに用い 【0009】また、フルカラートナーの場合にはイエロ られる結婚樹脂が使用でき、例えば、ポリスチレン樹 **脂、ポリエステル樹脂、ポリアクリル酸エステル樹脂、**

く使用できる。Tgが30℃よりも低いと芯トナーの製 向となり、また、Tgが55℃よりも高いと低温定増性 5.材中の結着樹脂のTgが30~55℃であるのが好ま **貴がし難く、また保存安定性とのバランスが取り難い頃** が損なわれる傾向となるため、低温定着性を目的とした 【0010】低温定整性を目的とする場合には、トナー **备合は好ましくない。**

アルミニウムなどとの金属塩、金属鉛体や、ベンジル酸 ては4級アンモニウム塩化合物が、負荷電性としてはサ 物、ナフトール化合物等が好ましい。その使用量はトナ - に所銀の帯電量により決定すればよいが、通常は結婚 樹脂100重畳船に対し0.01~10重畳部用い、更 [0011] 荷電制御剤としては、公知の任意のものを 単独ないしは併用して用いることができる。カラートナ への色調障害がないこと)を勘案すると、正荷電性とし 一適応性 (帯配制御剤自体が無色ないしは淡色でトナー リチル酸もしくはアルキルサリチル酸のクロム、亜鉛、 の金属塩、金属錯体、アミド化合物、フェノール化合 に好ましくは0. 1~10 重量部用いる。

ン樹脂系のうちの1種又は混合物などであるが、具体的 のものを使用することができ、パラフィン系・オレフィ 系・長銭アルキルケトン樹脂系及びアルキル変成シリコ リコン、高級脂肪酸又は高級脂肪酸アミド、等が倒示さ 【0012】ワックスとしては公知のワックス類の任意 ン系・天然及び合成の脂肪酸エステル系・脂肪酸アミド 共宜合ポリエチレン、等のオレフィン系ワックス、天然 長鎖アルキル基を有するケトン、アルキル基を有するシ れ、その使用畳は結着樹脂100重量部に対して0~2 及び合成の長鎖脂肪族基を有するエステル系ワックス、 には気分子量ポリエチレン、低分子量ポリプロピレン、 0 重畳筋、好ましくは0~10 重畳筋を用いるのがよ

芯材の平均粒径は、通常4~20μmであり、4~16

てもよい。ガラス転移温度の低い方の樹脂微粒子を樹脂 て、少なくとも2種のガラス転移温度の異なる樹脂徴粒 しようとするトナー芯材よりも粒径が小さく、樹脂成分 を主体としてなる粒子を意味するが、固瘡あるいは融着 - 1 mmのものが用いられる。以下、ガラス転移温度の 微粒子A、高い方の樹脂微粒子を樹脂微粒子Bとし、そ 子が用いられる。本発明において樹脂徴粒子とは、被覆 が、ガラス転移温度の異なる樹脂微粒子を3種以上用い を効果的に行うために、好ましい粒径として、0.04 異なる樹脂微粒子を2種用いる場合について説明する 【0013】次に、本発明に用いられる被覆材料とし れぞれのガラス転移温度をTgA、TgBとする。

性が不安定になる傾向にあり、Tgが110℃より高い [0014] それぞれの樹脂徴粒子のペースとなる樹脂 OTS (T8A, BUT8B) 12, 45-110 CO 60 が好ましい。Tgが45℃より低いとトナーの保存安定 ものは、低温定着性を目的としている場合には低温定着 性が発現しにくくなる傾向にある。また、TgAは45

財脂、ポリ酢酸ビニル樹脂、エポキシ樹脂等が使用でき

スチレンーアクリル酸エステル共宜合体樹脂、スチレン **ーメタクリル酸エステル共伍合体樹脂、ポリ塩化ピニル**

と、即ち、[T gA<T gB−20]の関係を消たすことが 好ましい。このようにすることによって、保存安定性と ~75℃、TgBは65~110℃であることが好まし く、更に、TgAとTgBとは20℃以上の差があるこ 低温定着性の両立が更に良好となる。

DAP)の1種又は混合物、及びこれらとアクリル酸エ リル酸エステルとアクリル酸又はメタクリル酸との三元 テルーアクリル酸三元共重合体樹脂、メタクリル酸エス クリル酸エステル又はメタクリル酸エステルとの共置合 【0015】樹脂微粒子のペースとなる樹脂の種類は例 ルイソフタレート樹脂(PDAIP)及びジアリルフタ レートとジアリルイソフタレートの共伍合樹脂(COP ステルの共重合体樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリエステ りル酸エステル共重合体樹脂、スチレンーメタクリル酸 エステル共重合体樹脂、ポリ塩化ビニル樹脂、ポリ酢酸 ピニル樹脂、エポキシ樹脂、スチレンーアクリル酸共重 合体樹脂、スチレンーメタクリル酸共宜合体樹脂、スチ レンーアクリル酸エステルーアクリル酸三元共宜合体樹 脂、スチレンーアクリル酸エステルーメタクリル酸三元 共重合体樹脂、メタクリル酸エステルーアクリル酸エス テルーアクリル酸エステルーメタクリル酸三元共宜合体 樹脂等が使用できるが、これらの中でも、スチレンとア 樹脂、又は、スチレンとアクリル酸エステル又はメタク えば、ジアリルフタレート樹脂 (PDAP) 又はジアリ ル樹脂、ポリアクリル酸エステル樹脂、スチレンーアク 共宜合樹脂が好ましく使用できる。

イン系・天然及び合成の脂肪酸エステル系・脂肪酸アミ に、ワックス内包化樹脂微粒子の製造がし難くなるため ス、長鎖アルキル甚を有するケトン、アルキル基を有す るシリコン、高級脂肪酸又は高級脂肪酸アミド、等が例 示され、その使用量はペース樹脂100重量部に対して よい。ワックスの量が50重畳%より多いとトナー強度 含有させることができ、例えば、パラフィン系・オレフ コン樹脂系のうちの1 種又は混合物などであるが、具体 50届畳部以下、好ましくは30重畳部以下とするのが は、芯トナーに含有されているものと同様のワックスを ド系・長鎖アルキルケトン樹脂系及びアルキル変成シリ 天然及び合成の長鎖脂肪族基を有するエステル系ワック ン、共重合ポリエチレン、等のオレフィン系ワックス、 が低下したり、保存安定性が不安定になったりする上 【0016】また、本発明に使用される樹脂微粒子に 的には低分子量ポリエチレン、低分子量ポリプロピレ 好ましくない。

キング性)のパランス見合いで、期待する効果によって 径と樹脂微粒子の粒子径のパランスにもよるが、芯トナ 樹脂の混合割合は、低温定着性と保存安定性(耐ブロッ [0017] 樹脂微粒子の使用総量は、芯トナーの粒子 一の重量に対して1~50重量%程度が良く、2~30 る。2種以上の樹脂微粒子を使用する場合のそれぞれの 重量%が好適であり、5~25重量%が特に好適であ

する場合のそれぞれの樹脂の混合割合は、低Tg樹脂散 粒子(樹脂微粒子A)/离Tg樹脂微粒子(樹脂微粒子 任意に関節すれば良く、例えば2種の樹脂微粒子を使用 B) = 3 ~ 7 / 7 ~ 3 (重量比)程度が良い。

方法としては、芯トナーの分散液にTgの異なる2種以 上の樹脂微粒子混合分散液を添加し、極性が異なる場合 には静電的付着で、同極性の場合には粒子間吸引力を利 付着させて被覆し、これを加熱処理によって固着又は融 度調整をして、トナー粒子の凝集体の生成を防止する処 方を取っても良い。加熱処理の際の温度条件は、温度を 段階的に上昇させても良いし、連続的に上昇させても良 【0018】樹脂微粒子を被覆して固着又は融着させる 用して、必要に応じてPH調整或いは電導度調整をして 着させる。その際、必要ならば再度 B H 調整或いは配導

は酸瘡させる。ここで、固菪又は融着させる場合に、加 熱処理を温度を上昇させながら行う、即ち低温から高温 の樹脂微粒子Aがトナー芯材に被覆され、高温になるに 一芯材に被覆された被覆材料は、中心方向から外側方向 へ向かってTgが低から高へと勾配を持つものと考えら [0019] 本発明の製造方法によって得られたトナー かではないが、以下のように推測している。本発明の特 徴は、まず被覆材料として、Tgの異なる2種以上の樹 脂徴粒子混合物を用いることである。そして、温度を上 昇させながら樹脂微粒子の混合物をトナー芯材に固糖又 へ温度を上昇させることにより、低温域ではまず低Tg 従って、高丁gの樹脂微粒子Bが铍覆されるので、トナ が、上配した優れた効果を発揮する理由は必ずしも明ら

TBとなることによって、低温定着性が良好となるもの 更に、TgAとTgBとは20℃以上の差がある場合、即 ので、保存安定性が良好となり、トナーの中心部分が低 の樹脂被覆材で構成されたトナーに比べ、トナー芯材の には、トナーの芯部から表面に向かって全体的にTgの 勾配が出来ると考えられ、それによって、保存安定性と 低温定着性の両立が高いレベルで達成できるものと考え と考えられる。また、単に低Tgのトナー芯材と商Tg 【0020】従って、トナーの安面部分が萬Tgとなる ち、[T gp<T gA<T gB-20]の関係を消たす場合 ペース樹脂のTg(Tgp)をTgAよりも低く設定し、

で、終了温度が40~100℃が好ましい。より具体的 には、TgpとTgAの低い方をTgL、高い方をTgHと すると、反応の開始温度は、T g L — 2 0 ~ T g L + 1 0 度は、TgH-20~TgH+10(で)であり且つTg 【0021】トナー芯材に、樹脂微粒子を固着又は融塩 (で)であり且つTgH以下の範囲が好ましく、終了過 B以下の範囲が好ましい。そして、本発明の穀造方法で させる場合に、加熱処理を温度を上昇させながら行う が、温度条件としては、反応の開始温度が10~50

3

聞が短く、エネルギーロスが少ない利点を有する。加えキ るので、安面から熱を加えた場合にトナー内部の融解が 早いため、特に画像形成にプロセススピードが100m 更に、本発明の製造方法は、2種以上の樹脂粒子を混合 得られたトナーは、Tgの勾配が出来ていると考えられ して、一段で被覆を行うため、樹脂微粒子被覆反応の時 m/s以上の選度の定着機を用いる場合に有効である。 (イ) トナー杉林の敷油

乳化瓜合凝集トナースラリー

マーをドデシルベンゼンスルホン酸ソーダで乳化し、過酸化水紫を開始剤 としてれ化血合したラテックス(MW5. 4万、樹脂Tg40℃、樹脂濃 ・スチレンノブチルアクリレート/アクリル酸=59/39/2の混合モノ 度20wt%)

シアン顔科 (大日精化製 EP700) 分散物

(固形分濃度35 w t %)

17部

・パラフィンワックス(LUVAX-1266日本精蝋製)乳化物(固形分 濃度25wt%)

· 荷電制御剤 (三菱化学製 MCN 13NK) 分散物

12部

[0024] 上記各成分を現合機件しながらPH3.5 m※ラーΦ35mm)を用い、プロセススピード120mm (固形分濃度5wt%)

平らな磁性板の上に、長さ50mmのハーフパイプ2枚 /sec、NIP幅4mmで、シリコンオイルを使用 【0027】(3)耐プロッキング性評価方法 し、過度を変えてテストした。 た後冷却し、凝集トナースラリー(固形分強度20.3 n. で昇遣して6.54μmとなったところでPHを7 に関整して粒径成長を止め、更に60℃で1時間保持し に関整した後、時々粒子径を測定しながら1℃/mi

を幅ゴムで止めて組み合わせた、内径30mmの円筒の 内部に、55mm程度の高さに切りそろえた薬包紙を筒 る。その際、トナーの上部が出来るだけ平らになるよう に慎重に注ぎ込む。次いで、底部が平ちで且つ底部の直 径27mmの、重さ20gの分銅を、トナーが飛び出さ

上に丸めてセットし、この中にトナー10gを置りと

[喪2] (ロ)低Tg樹脂微粒子(樹脂微粒子A) 校研化学数SE-A [0025]

(スチレン/ブチルメタクリレート/アクリル酸の共低 合体摂脂エマルジョン、MW8. 8万、樹脂濃度20. 5wt%、樹脂Tg65℃、平均粒子径0.11µm) (ハ) 萬丁g樹脂微粒子 (樹脂微粒子B)

ないように慎重に乗せ、50℃,50%RHの環境下に 5時間放置し、室温まで冷却してから分解・薬包柢・ハ **ーフパイプを取り外して、円柱状の耐ブロッキング性評** 届サンプルを作成する。続いていの田柱状のサンプルに

> 5. 1w1%、樹脂Tg107℃、平均粒子径0.13 (スチレンノメチルメタクリレート/アクリル酸の共宜 合体樹脂エマルジョン、MW39.6万、樹脂濃度2 格研化学製ME-5015 Œ

掻を乗せ、円柱状のサンプルが破壊したときの錘の重畳

(g又はkg) により耐ブロッキング性の判定をする。

判定は、○:08~2008、 O:2008<~500g, ∆:500g<~1kg,</p> x:1kg<~3kg,

[0026][降価項目]

(1) 粒径分布の湖定

コールター社製マルチサイザーにより測定し、平均粒子 径と16μm以下の粒子量(瓜量%)を比較した。 (2) 定益性固定方法

××:3 k g < ~ 5 k g < の値とする。

[0028]

[表3]

ンャープ社製複写機 J X - 8 2 0 0 用定落機 (定着ロー※ [実施例1]

158 148部 14.5部 高丁 B 樹脂微粒子分散液(棕研化学製ME-5015) 低工g樹脂微粒子分散液(棕研化学製SE-A) 凝集トナースラリー(固形分濃度20.3%)

続いて、反応温度を45℃に昇温して2時間反応を推続 2時間反応を継続すると、分散液に白濁がなくなった。 専問反応させた。扱いて、反応遺度を35℃に昇温して ×× し、芯トナーに樹脂微粒子混合物を固着させた。更に、 [0029]を反応容器に取り、窒温で平羽根橋井横で 300回転で提辞しながら、P.Hを3.0に関製して1

て、凝集粗粒が少なく、トナー収率も高い。 [0022] [英施例] 以下に実施例により本発明を具体的に説明す る。以下の例で「部」とあるのは「狙畳部」を意味す

[0023]

後、室温まで冷却した。反応時間は7時間であった。続 いて、濾過・水洗・乾燥して2種混合樹脂微粒子被覆ト 【0030】この樹脂微粒子固着トナーの粒径分布を砌 合樹脂徴粒子被覆トナーで、二成分系複写機(三田工業 製 DC-2355)により未定着画像を形成させ、次 いで定着機の温度を任意にコントロールできるように改 m以下の粒子量は95.1重量%であった。この2種混 定したところを、平均粒子径は11.2μmで、16μ **造した、市販の複写機(シャープ社製JX-8200)** トナーに樹脂微粒子混合物を完全に固着・保持させた

[0034] 【0033】とした他は実施例1と同様に処理して、樹 脂徴粒子固着トナーを得た。この樹脂微粒子固着トナー

[表5] [比較例3]反応組成を、 115~200℃<の温度(200℃以上は実施してい※** で、奥施例1と同様に定着性の評価を奥施したところ、

高工 g 樹脂微粒子分散液(棕研化学製M E - 5015) 14.5部 【0035】とした他は実施例1と同様に処理して、樹 脂徴粒子固着トナーを得た。この樹脂微粒子固着トナー で、実施例1と同様に定着性の評価を実施したところ、

[0036] 劣っていることが確認された。耐ブロッキング性(保存★ 140~200℃<の温度(200℃以上は実施してい ない)の範囲で定着してはいるが、低温部での定着性が

< 第一段目反応>

148時 凝集トナースラリー (固形分濃度20.3%) 女に、反応温度を50℃に昇温して2時間反応を推殺し [0038] し、芯トナーに第一段目樹脂微粒子を固着させた。更 ☆ [0037]を反応容器に取り、窒温で平羽根檐枠機で 時間反応させた。続いて、反応温度を35℃に昇温して 続いて、反応温度を40℃に昇温して2時間反応を継続 300回転で攪拌しながら、PHを3.0に関製して1 2時間反応を継続すると、分散液に白濁がなくなった。

高工 g樹脂微粒子分散液(綜研化学製ME-5015) 14.5部 で1時間反応させた。続いて、反応温度を35℃に昇温 して2時間反応を継続すると、分散液に白褐がなくなっ 【0039】を添加して、PHを2. 0に関製し、室温 して2時間反応を継続して、芯トナー及び第一段目樹脂 微粒子材料に、第二段目樹脂微粒子を完全に固格・保持 た。続いて、反応温度を45℃に昇温して2時間反応を **継続し、ボトナー及び第一段目樹脂微粒子に第二段目樹** 脂徴粒子を固着させた。更に、反応温度を60℃に昇温 させた後、室温まで冷却した。第二段目反応時間は7時 間であり、第一段目及び第二段目反応時間の合計は14 時間であった。続いて、濾過・水洗・乾燥してTgの異

特開2001-201891(P2001-201891A)

ることが確認された。また、耐ブロッキング性(保存安 * (200℃以上は実施していない)の範囲で定着してい 定性)のテストでは150gと良好であった。

10 実施していない)の範囲で定着していることが確認され たが、耐ブロッキング性(保存安定性)は5kg<であ [0031] [比較例1]上記(イ)で得た凝集トナース ラリー (固形分濃度20.3%) の一部を、樹脂被覆処 理を行わずに、濾過・洗浄・乾燥して凝集トナー(樹脂 Tg40℃、平均粒子径6.54μm)を得た。このト たところ、110~200℃<の温度(200℃以上は ナーを用いて、実施例1と同様に定着性の評価を実施し

[0032]

[表4] [比較例2]反応組成を、 148時 凝集トナースラリー (固形分濃度20.3%)

性の評価を実施したところ、120~200℃<の温度*

の定羞機を用いて、シリコンオイルを強布しながら定着

※ない)の範囲で定権していることが確認されたが、耐ブ ロッキング性 (保存安定性) は700gであった。 低丁g樹脂微粒子分散液(綜研化学製SE-A)

凝集トナースラリー(固形分濃度20.3%)

[比較例4]トナー芯材への樹脂微粒子の固着を、低Tg 樹脂徴粒子と高丁g 樹脂微粒子を別々に行った。 ★安定性)は170gと良好であった。

15卷 低工B樹脂微粒子分散液(棕研化学製SE-A) て、第一段目樹脂微粒子を完全に固備・保持させた後、 **室温まで冷却した。第一段目反応時間は7時間であっ**

【数7】 <第二段目反応>続いて、

子被覆トナーの粒径分布を測定したところを、平均粒子

40 径は12. 4μmで、16μm以下の粒子畳は86.9 【0040】この2段階樹脂微粒子被覆トナーで、二成 分系複写機 (三田工業製 DC-2355) により未定 **塔画像を形成させ、次いで定着機の温度を任意にコント** ロールできるように改造した、市販の複写機(シャーブ ルを強布しながら定権性の評価を実施したところ、13 牡製 I X — 8 2 0 0) の定権機を用いて、シリコンオイ 低量%であった。

い)の範囲で定着していることが確認された。また、耐 **ブロッキング性 (保存安定性) のテストでは1308と** 0~200℃<の温度(200℃以上は実施していな

なる2段階樹脂微粒子被覆トナーを得た。この樹脂微粒

9

反応温度を60℃に昇温して2時間反応を継続して、芯

3

12 しかもトナー収率び反応時間の点でも優れている。 [0041] [数8] 負好であった。実施例1及び比較例1~4の評価結果を まとめて下配第1投に示す。本発明の製造方法で得られ たトナーは、低温定着性と保存安定性が両立しており、

	発酵器(で)	编 存 致	(米) 由四一千十	双后钟周 (九下)
N K G 1	120~200周	•	95.1	ı
## ## ##	110~200超	×		b
## ## ##	B100.2~911	٥		4
표 호 호	140~200#	0		4
开 完 4	四002~081	. 0	86.8	* I

[0042] 【発明の効果】本発明の製造方法によれば、収率良く経

xx 済的に、低温定着性と保存安定性(耐ブロッキング性) を乗ね備えたトナーを、容易に製造することが出来る。

フロントページの殺き

神奈川県横浜市脊漿区鴨志田町1000番地 三菱化学株式会社横浜総合研究所内 (72)発明者 安藤 修

F ラーム(参考) 2H005 AA01 AA15 AB03 CA04 EA03 EA05 FB01 2H033 AA20 BA58 BB37